

MicroPatent's Patent Index Database: Record 4 of 5 [Individual Record of JP9241695A]

Order This Patent Family Member(s)

19970916 FullText JP9241695A □

Title: (ENG) PRODUCTION OF HIGH-BULK DENSITY GRANULAR DETERGENT COMPOSITION WITH GOOD

COLOR TONE AND ITS PRODUCTION

Abstract: (ENG)

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject composition with no deterioration of powder color tone with the lapse of days and excellent in preservability, by neutralizing a liquid acidic precursor of an anionic surfactant followed by adding a mixture of a fluorescent brightener, nonionic surfactant and water to the neutralized product to prevent its viscosity rise.

SOLUTION: (A) A liquid acidic precursor of an anionic surfactant is first neutralized with (B) a solid alkaline inorganic substance such as sodium carbonate or potassium carbonate followed by adding (C) a mixture of (C1) a fluorescent brightener of biphenyl or stilbene type, (C 2) a nonionic surfactant such as polyethylene glycol or a compound of the formula R(OC2H4)nOH (R is a 12-18C alkyl or 8-16C alkylphenyl; (n) is 5-20) and (C 3) water to the neutralized product, thus obtaining the objective detergent composition.

Application Number: JP 7516196 A Application (Filing) Date: 19960305 **Priority Data:** JP 7516196 19960305 A X;

Inventor(s): NAKAJIMA TAKASHI; TANIGUCHI YOSHIYUKI; TANAKA HITOSHI; ANDO SUSUMU

Assignee/Applicant/Grantee: LION CORP

Original IPC (1-7): C11D01104; C11D00340; C11D01706

Other Abstracts for Family Members: CHEMABS127(18)249764U; DERABS C97-509166

Other Abstracts for This Document: CAN127(18)249764U; DERC97-509166

Patents Citing This One (3):

→ EP0893492B1 20030521 HENKEL KGAA DE

Process for making a storage stable and flowable granulate from anionic detergent

compositions

★ EP0893492A2 19990127 HENKEL KGAA DE

Process for making a storage stable and flowable granulate from anionic detergent

compositions

™ EP0893492A3 19990512 HENKEL KGAA DE

Process for making a storage stable and flowable granulate from anionic detergent

compositions

















Company to 2004, from the 2004 of the corp. At the way, and the way and the transference for his history without brothetion eligent, norm, est., javestrigt entività. All digitte herem por reserved to the peiner and this paga cannol be reproclation without the express permission of the owner.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-241695

(43)公開日 平成9年(1997)9月16日

(51) Int.Cl. ⁶ C 1 1 D 11/04 3/40 17/06		庁内 整理番号		1/04 3/40 7/06		技術表	示箇所
			審查請求	未請求	請求項の数1	FD (全	5 頁)
(21)出願番号	特願平 8-75161		(71)出願人		69 /株式会社		
(22)出顧日	平成8年(1996)3	月 5 日		東京都墨	图区本所1丁目	3番7号	
			(72)発明者		田区本所一丁] 3 番 7 号	ライオ
			(72)発明者		B田区本所一丁目	13番7号	ライオ
			(72)発明者	• • • •	墨田区本所一丁目	13番7号	ライオ
			(74)代理人			(外1名) 最終 頁	に続く

(54) 【発明の名称】 色調良好な高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法

(57)【要約】

【課題】 アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ無機材料で乾式中和することを含む高嵩密度洗剤組成物の製造方法において、長期間にわたって良好な粉体色調を維持することが可能で、かつ保存安定性の良好な製品を得ること。

【解決手段】 中和終了後に蛍光増白剤/非イオン活性剤/水混合物を添加する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ性無機物質にて中和してその金属塩を作るに際し、中和終了後に蛍光増白剤/非イオン活性剤/水混合物を添加することを特徴とする色調良好な高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、高嵩密度でしかも 色調の良好な粒状洗剤組成物の製造方法に関し、更に詳 10 しくは、アニオン界面活性剤の乾式中和により色調の良 好な高嵩密度粒状洗剤組成物を製造する方法に関する。 【0002】

【従来の技術】粒状洗剤は従来噴霧乾燥によった製造されているが、との方法では界面活性剤スラリー及びビルダー等を混合してスラリーを形成させ、ついでこれを加熱・噴霧乾燥するものであるため、比較的大きなエネルギーと噴霧乾燥塔に代表される大型設備が必要であるという難点がある。そこで、噴霧乾燥法を使用しない洗剤の製造方法として、アニオン界面活性剤の液体酸性前駆 20体を固体アルカリ性無機物質にて中和する「乾式中和法」が種々検討され、その代表的な方法として特公平6-78558号公報(ユニリーバ)、特開平3-72600号公報(プロクターアンドギャンブル)に記載の方法がある。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】たゞ、噴霧乾燥プロセスでは、各種原料を事前に均一混合し乾燥させるため、微量成分である蛍光増白剤の均一性や製品水分のコントロールにおいて、技術的課題はそう多くはなかった。と 30 ころが、上記の「乾式中和法」では、製品の色調及び保存安定性改善については必ずしも満足すべきものでなかった。即ち、蛍光増白剤の添加順序及び添加条件によっては製品色調に大きな差を生じ、また、各種原料の持ち込み水分により製品水分が上昇して洗剤組成物が保存時に凝集・固化する等、品質に悪影響を及ぼすという問題点がある。

【0004】本発明は、上記のような課題を解決した、即ち製品の経日による粉体色調の維持(色調劣化の防止)が可能で、且つ原料の持ち込み水分の悪影響を受け 40にくい(保存安定性良好)高嵩密度粒状洗剤の製造方法を提供することを目的とする。

[0005]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意検討した結果、アニオン界面活性剤の酸性前駆体の乾式中和プロセスにおいて、中和終了後に、蛍光増白剤/非イオン活性剤/水混合物を添加することにより経日で色調の良好な製品を得られることを見い出し、本発明を完成するに至った。

【0006】即ち、本発明によれば、アニオン界面活性 50 水分散性で、価格は前者より安価である。

剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ性無機物質にて中和してその金属塩を作るに際し、中和終了後に蛍光増白剤/非イオン活性剤/水混合物を添加することを特徴とする色調良好な高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法が提供される。

2

【0007】本発明のアニオン界面活性剤の液体酸性前駆体とアルカリ性無機物質との中和反応を含む粒状洗剤組成物の製造方法は、蛍光増白剤/非イオン活性剤/水混合物をアニオン界面活性剤液体酸性前駆体の中和物に添加することによって、中和物の粒状化が容易になり、しかも上記混合物の添加時期を中和後としたことから、粉体色調維持効果が充分に発揮されるものとなり、本方法によると、粉体色調の経日劣化が防止され且つ保存安定性の良好な高嵩密度粒状洗剤組成物を得ることが可能となる。

[0008]

【発明の実施の形態】以下、本発明について、具体的に詳しく説明する。本発明の粒状洗剤組成物の製造方法は、アニオン性界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ性無機物質にて中和し、中和終了後に蛍光増白剤/非イオン活性剤/水混合物を添加することを特徴とする。本方法によると、中和物の粘度上昇が防止され、経日による粉体色調の劣化が無く、保存安定性の良好な高嵩密度粒状洗剤組成物が得られる。

【0009】アニオン性界面活性剤の液体酸性前駆体は、直鎖状アルキルベンゼンスルホネート及びアルキル硫酸エステル等の公知の材料単独、又はそれらを組み合わせから任意に選択できる。また、本発明の方法には、任意の固体アルカリ性無機材料を使用できるが、好ましくは炭酸ナトリウム及び/又は炭酸カリウムを使用できる。

【0010】本発明において、中和装置として任意のタイプを選定できるが、好ましくは水平2軸型混練機(シグマ型ニーダー)を選定できる。なお、中和時に冷風(好ましくは温度 $0\sim20$ °C)を導入することが好ましい。また、本中和反応において、中和反応を促進するため固体アルカリ性無機材料に微量水を添加することが有効である。添加量はアルカリ性無機材料に対し、 $1\sim10\%$ であり好ましくは $2\sim5\%$ である。

【0011】本発明の方法においては、中和終了後に蛍光増白剤/非イオン界面活性剤/水混合物が中和物に添加されるが、非イオン活性剤と水との比率は9/1~8/2の範囲であることが好ましい。また、使用する蛍光増白剤は、ビフェニル型とスチルベン型の2種類に分類される。ビフェニル型の市販品としては、チノパールCBS-X(チバガイギー社製)が、スチルベン型の市販品としては、ホワイテックスSKC(住友化学社製)がある。前者は水溶性(溶解度:25℃約0.2%、70℃7.5%)で、品質的に後者より優れている。後者は水分散性で、価格は前者より安価である。

【0012】本発明の方法では、各種非イオン性界面活性剤を使用できるが、好ましくは200~2000がリエチレングリコール及び/又は一般式(I)で表されるエトキシ化非イオン性界面活性剤である。

 $R (OC_2H_4) nOH$ (1)

(式中、RはC12~18のPルキル基又はC8~16のPルキルフェノール基であり、nは約5~約20である。)

【0013】本発明の方法において、高嵩密度洗剤を製造する工程は次の3ステップが必要となる。

〈第1ステップ〉固体アルカリ性無機材料にアニオン性界面活性剤液体酸性前駆体を供給し、回分式中和反応を行なった後、蛍光増白剤/非イオン活性剤/水混合物を添加・混合し、最後に微細粒径を有する粉体(ゼオライト等)を添加し粉体化させ本ステップを完了させる。

<第2ステップ>第1ステップで得られた粉体中和物、噴霧乾燥で作られたシード粉、粉体無機材料、非イオン性界面活性剤及び水を高速せん断機能を有するミキサーに投入し、造粒操作を行なう。本ミキサーの代表的な機種としてレーディグミキサーが挙げられる。

<第3ステップ>最後に上記中間製品の粒度調整を行な うため、粉砕機にかけ更にブレンダーにて香料他の添加* *剤と混合させ、製品とする。粉砕機として好ましい機種は、フィッツミルタイプ(ホソカワミクロン社製)である。なお、用いられる洗剤原料によっては、第2ステップは省略されることもある。

【0014】本発明の実施態様をまとめると、次のようになる。アニオン界面活性剤の液体酸性前駆体を固体アルカリ性無機物質にて中和してその金属塩を作るに際し、中和終了後に、非イオン界面活性剤と水との比率が9/1~8/2の範囲である蛍光増白剤/非イオン活性10剤/水混合物を添加することを特徴とする色調良好な高嵩密度粒状洗剤組成物の製造方法。

[0015]

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳細に説明 するが、本発明の技術的範囲がこれらにより限定される ものではない。

【0016】試験例1~7

<非イオン界面活性剤と水の比率>非イオン界面活性剤(3種)と水及び蛍光増白剤とを下記の比率で混合し、混合物の粘度、性状を調べた。その結果を表1に示す。

20 [0017]

【表1】

試験	非イオン				蛍光增白剤	粘度		
No.	A0 -7	A0 -12	NP -9	PEG 400	水	(チノバー ルCBSーX)	(C. P, 80℃)	流動性
1	10				_	_	100以下	0
2	10				–	1	4万	×
3	9				1	1	50	0
4	8				2	1	5万以上	×
5		9			1	1	70	0
6		8	ļ		2	1	150	0
7		7			3	1	10万以上	×
8			9		1	1	80	0
9			5		5	1	**	**
10				9	1	1	40	0
11				10	-	1	2, 500	Δ

・AO-7, AO-12:C13/C15=約67/3 3の炭素数を有するアルコールにエチレンオキサイドを それぞれ平均7及び12モル付加した非イオン界面活性 剤

- \cdot NP-9:ポリオキシエチレン(EO9モル)ノニルフェニルエーテル
- PEG400:ポリエチレングリコール400
- · 粘度: B型回転粘度計で測定
- ・流動性:○:流動性良好,×:ゲル状で流動性なし (ボンプ輸送困難)

- ・表中の数値:配合比率を示す
- ・**: 蛍光剤溶解せず(粒子沈降分離)

【0018】表1の結果から、非イオン界面活性剤/水=9/1~8/2の範囲で低粘度の混合物から得られることがわかる。なお、非イオン界面活性剤としては、生分解性、洗浄力への寄与などから、特にポリオキシエチレンアルキルエーテル型の非イオン界面活性剤が好ましい。

【0019】実施例1及び比較例1~5

50 2 k l シグマ型ニーダーKM-1500 [SHIENG

SHUNG MACHINE TOOL CO., L *ホン酸ナトリ TD. (台湾)製]に炭酸ナトリウム (粉末) 175 k で破砕して料 変を入れ、撹拌しながら水5.4 k g を添加した。次いで、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸(純度 93.5 料を混合して、水分1%)248 k g を約30分かけて徐々に添加して、中和反応を行った(このとき、ニーダーには、前記添加物の上面に20℃の空気を10m³/minの流面で導入した。)。また、ニーダーのジャケットには、いて、ゼオラはカルを流して、内容物の温度が65℃以下になるように冷却を行った。中和反応後、ゼオライト(無水)粉末 10 【0021】 284 k g を加えて混合し、直鎖アルキルベンゼンスル* 【表2】

*ホン酸ナトリウム含有物を得た。次いで、これを破砕機で破砕して粒径300~1000μmの粒子に調製し、この粒子に対して5%の重質炭酸ナトリウムと酵素、香料を混合して、高嵩密度粒状洗剤組成物を製造した。【0020】なお、蛍光増白剤(チノバールCBS-X)0.55kgは、上記の製造工程中で添加位置、添加方法を表2のように変えて添加した。各製造条件において、ゼオライト混合後の物性及び得られた高嵩密度粒状洗剤組成物の1カ月後の色調を合わせて表2に示す。

2.2

0.2

9

7

6

是合し、直鎖アルキルベンゼンスル* 【表2】							
	実施例	比		較多			
	1	1	2	3	4	5	
蛍光増白剤混合 物の配合比							
蛍光増白剤	1	1	1	1	1	1	
非イオン(A0-7)	9	9	9	9	9	_	
水	1	1	1	1	1	_	
AES-Na		_		_	_	1 2	
蛍光増白剤の 添加位置	中和反応後	中和 反応時	ゼオライト 添加後	破砕後	中和前	中和 反応後	
ゼオライト混合 後の物性	0	Δ	×	0	Δ	0	
洗剤粒子色調 (経日1ケ月)	0	×	Δ	×	×	Δ	
総合評価	0	×	×	×	×	×	

[品質評価基準] *****O ブラックライトにて蛍光色発せず ゼオライト混合後の物性 Δ ブラックライトにて蛍光色僅かに発す 評価 基準 ブラックライトにて蛍光色発す 粉状(粒径:1000~2000 µm) \circ 【0022】実施例2 粉+餅状物(小さい) Λ 実施例1において、ゼオライト混合後の混合物700k 粉+餅状物(大きい) 40 gと噴霧乾燥法により製造した下記組成の噴霧乾燥粒子 洗剤粒子色調 248kgを2kl レディゲミキサーに投入して造粒 評価 基進 した。 重量% 直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム 42 ケイ酸ソーダ 16 トリポリリン酸ソーダ 23.6

ナトリウムカルボキシメチルセルロース

蛍光増白剤

水

ゼオライト4A (無水物)

合 計

100

0μmに調製して、下記組成の嵩密度740g/Lの高*

【0023】次いで、破砕機にて粒径を300~100 * 嵩密度粒状洗剤を得た。この洗剤は室温1カ月保存後の 色調は良好であった。

	重量%
上記噴霧乾燥シード粉	2 4
直鎖アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム	2 1
高級アルコールEO付加物	l
炭酸ソーダ	1 7
ゼオライト4A(無水物)	2 8
蛍光増白剤	1
酵素・香料・他	3
水	5
合 計	100

[0024]

【発明の効果】本発明によれば、アニオン界面活性剤の 酸性前駆体の乾式中和プロセスにおいて、中和終了後に※

※ 蛍光増白剤/非イオン活性剤/水混合物を添加すること により、粉体色調良好でかつ十分な保存安定性を有する 高嵩密度粒状洗剤組成物を製造することが可能となる。

フロントページの続き

(72)発明者 安藤 進

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオ ン株式会社内